

В АНАЛИТИЧЕСКИХ ЖУРНАЛАХ

**СИСТЕМАТИЗИРОВАННОЕ СОДЕРЖАНИЕ "ЖУРНАЛА
АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ" (ЖАХ) ЗА 1999 г.
(Т.54, N. 9-12)**

А.А.Пупышев, С.А.Обогрелова
Уральский государственный технический университет
620002, Екатеринбург, Мира, 19

Пупышев Александр Алексеевич – доктор химических наук, профессор кафедры "Физико-химические методы анализа" Уральского государственного технического университета.

Область научных интересов: методы атомной спектromетрии, исследование термохимических процессов в спектральных источниках, элементный и структурный анализ.

Автор более 190 печатных работ.

Обогрелова Светлана Александровна - аспирант кафедры ФХМА Уральского государственного технического университета. В 1993 г. закончила данную кафедру, специализация: инженер-аналитик.

Имеет 2 опубликованных работы.

Все статьи журнала систематизированы, как и в предыдущих аннотированных обзорах, по основным представленным направлениям. Для облегчения поиска информации всем направлениям присвоен порядковый номер:

1. Общие вопросы аналитической химии;
2. Теоретические основы методов анализа;
3. Метрология и стандартизация анализа;
4. Математизация, автоматизация и использование ЭВМ;
5. Пробоподготовка;
6. Методы разделения и концентрирования;
7. Титриметрия;
8. Электрохимические методы анализа;
9. Кинетические методы анализа;
10. Хроматографические методы анализа;
11. Масс-спектральный метод анализа;
12. Ядерно-физические методы анализа;
13. Рентгеноспектральные методы анализа;
14. Методы атомной спектromетрии;
15. Метод молекулярной спектrophотометрии;
16. Люминесцентные методы анализа;
17. Радиоаналитические методы анализа;
18. Тест-методы;
19. Проточно-инжекционный метод анализа;
20. Аналитические приборы;
21. Сенсоры.

22. Анализ объектов окружающей среды;
23. Анализ минерального сырья;
24. Анализ продуктов металлургического производства;
25. Анализ неорганических соединений;
26. Анализ особочистых веществ;
27. Определение благородных металлов;
28. Анализ органических соединений;
29. Анализ биологических и медицинских объектов, фармацевтических препаратов;
30. Анализ пищевых продуктов и кормов;
31. Анализ специальных объектов.

При рассмотрении конкретных публикаций, обычно относящихся к нескольким направлениям, указаны (в скобках) эти дополнительные направления и шрифтом выделены ключевые слова.

1. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

IV научно-методическая **конференция по преподаванию аналитической химии (ЖАХ. №9. С.1007-1008).**

Рассмотрены проблемы **подготовки химиков-аналитиков** в России по материалам анкетирования, проведенного Комиссией по преподаванию аналитической химии НСАХ РАН в 1998 г.

в ведущих **университетах России** (Шеховцова Т.Н. *Преподавание аналитической химии и подготовка аналитиков-профессионалов в высших учебных заведениях России* // ЖАХ. № 10. С. 1094-1101).

Вторая всероссийская конференция по **истории и методологии аналитической химии** (ЖАХ. № 10. С. 1113-1115).

Отделение аналитической химии федерации европейских химических обществ. 27-я Европейская аналитическая колонка (декабрь 1998 г.) (ЖАХ. № 12. С. 1322).

3. МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА

(14, 22) При обсуждении результатов **атомно-эмиссионного** определения **Sc, V, Cr, Co, Ni, Ga, Sr и Ba** в **рыхлых отложениях и почвах** использовано несколько критериев оценки **правильности** аналитических данных, предложенных в последние годы применительно к различным программам исследования. Описана методика и ее метрологические характеристики, установленные при подготовке к аттестации. Расчет критериев выполнен по результатам контрольных анализов стандартных образцов рыхлых отложений и почв серий СГХ, СГХМ, БИЛ- 1,2 (IGI, Riap); GSS, GSD (IGGE); GXP-2,5,6 и Mag-1, SDO-1 (USGS). Показано, что результаты анализа в условиях предлагаемой методики удовлетворяют как критерию, заявленному при аттестации методики, так и используемому в программе Международного геохимического картирования. Увеличение числа неудовлетворительных результатов установлено при использовании критерия, рекомендованного для оценки результатов аттестационных анализов стандартных образцов. Обсуждается возможность использования критериев качества в программе Международного тестирования геоаналитических лабораторий GeoPT (Кузнецова А.И., Русакова В.А., Зарубина О.В. *Критерии оценки качества микроэлементного анализа минеральных проб* // ЖАХ. № 10. С. 1014-1019).

4. МАТЕМАТИЗАЦИЯ, АВТОМАТИЗАЦИЯ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭВМ

(21) Искусственные **нейронные сети** используются для описания и предсказания важнейших параметров чувствительных элементов **мембранных оптических рН-сенсоров** с ковалентно иммобилизованными кислотно-основными индикаторами. При небольшом размере обучающей выборки и ограниченности экспериментальных данных целесообразно использовать

многослойную сеть, включающую несколько скрытых слоев. Исходные параметры объединяли в отдельные входные блоки, описывающие протолитические и абсорбционные свойства иммобилизованных индикаторов, учитывающие наличие гидрофильных групп в их молекулах, толщину поглощающего слоя в мембране и динамические параметры. Продемонстрирована способность нейронной сети к обучению и к предсказанию динамических и абсорбционных свойств чувствительных элементов. Предложено анализировать матрицы весов для химической интерпретации результатов расчетов (Кузнецов В.В., Дьяков Н.А. *Возможности метода искусственных нейронных сетей для оценки параметров мембранных оптических рН-сенсоров* // ЖАХ. № 11. С. 1212-1218).

5. ПРОБОПОДГОТОВКА

(14, 22) Разработана простая и удобная методика **разложения почв и биологических объектов при воздействии ультразвуком** для определения **ртути, свинца** и других **тяжелых металлов** из одного раствора, применимая для серийных анализов. Показано, что Hg, Pb, Cu и Zn из проб почв, растений, лигнина и лечебных грязей полностью извлекаются в результате их обработки смесью конц. HNO₃ и HCl (3:1) при воздействии ультразвуком частотой 18 кГц в течение 2 мин. Оптимизированы условия ультразвукового разложения тканей рыб. Разработанная методика применена при экспрессном определении ртути на ртутном анализаторе "Юлия-2" в образцах рыб Курейского и Братского водохранилищ. Представлены результаты аттестационного определения ртути в стандартных образцах состава рыб оз. Байкал (*Ультразвуковое разложение проб для экспрессного определения ртути и других тяжелых металлов* / Гончарова Н.Н., Бухарова Ю.А., Кузнецова Т.В., Утенкова Т.И. // ЖАХ. № 12. С. 1238-1243).

6. МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

(27) Обобщены экспериментальные результаты автора по **извлечению и концентрированию ионов серебра, золота, ртути и платиновых металлов** с помощью заранее полученного сульфида свинца или **сульфида свинца** получающегося в растворе, содержащем ионы свинца и ионы исследованных элементов в кислой среде. На основе этих результатов предложено дополнение и расширение правила Фаянса-Панета-Хана (Александров С. *Правило Фаянса-Панета-Хана для сис-*

темы сульфид свинца - ионы серебра, золота, ртути и платиновых металлов в кислой среде // ЖАХ. № 10. С. 1037-1040).

Предложен способ определения примесей при их **концентрировании или разделении** в условиях, когда **сорбция и десорбция** протекают **неколичественно**. Общее содержание определяемого компонента в анализируемом объекте устанавливается расчетным либо графическим способами по четырем или трем значениям аналитического сигнала (Портретный В.П., Чмиленко Ф.А. Дисубстехиометрическое определение примесей // ЖАХ. № 11. С. 1219-1221).

Разработана методика **концентрирования** микроколичеств **мышьяка** на анионообменных смолах АВ-16ГС и АН-2ФН из почти нейтральных водных растворов. Степень извлечения 90-95 % при содержании мышьяка от 10 до 150 мкг/л (0.3-5 ПДК для воды) (Абражеев Р.В., Зорин А.Д. Извлечение микроколичеств мышьяка из нейтральных водных растворов анионообменными смолами // ЖАХ. № 12. С. 1251-1253).

8. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Инверсионно-вольтамперометрическим исследованием разряда-ионизации **церия** на "твердопастовом" графитовом электроде в интервале концентраций $1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-6}$ М определены оптимальные условия **концентрирования** и последующего определения церия на данном электроде, а также рассчитана условная константа восстановления Се (IV) до Се (III) (Матакова Р.Н., Кенжеханова Ж.Т., Бадавамова Г.Л. Исследование процессов разряда-ионизации церия на "твердопастовом" графитовом электроде // ЖАХ. № 11. С. 1188-1190).

Исследовано **влияние** некоторых **нейтральных, анионных и катионных поверхностно-активных веществ (ПАВ)** на ток пика микроколичеств **меди (II)**, электроосажденной методом **инверсионной вольтамперометрии** на серебряном индикаторном электроде при обычном способе накопления (-0.6 В) и высоком напряжении (160 В). Показаны преимущества высоковольтного концентрирования меди (II) для ее определения этим методом в присутствии ПАВ (Тарасова В.А., Кирюшов В.Н., Бек Р.Ю. Влияние поверхностно-активных веществ на ток анодного растворения меди в условиях обычного и высоковольтного режимов концентрирования методом инверсионной вольтамперометрии // ЖАХ. № 11. С. 1200-1204).

Найдены условия **инверсионного вольтамперометрического определения As (V)** на модифицированном комплексами Мо (VI) графитовых

электродах: $E_{\text{нак}} = 0.4$ В; $t_{\text{нак}} = 300$ с; $c_{\text{Mo(VI)}} = 5 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2}$ М; при 1.0. М (Na, H)Cl, pH 2.5, 30 об. % диоксана. Предел обнаружения As (V) при использовании графитового электрода, импрегнированного смесью полиэтилена и парафина, составляет $3 \cdot 10^{-9}$ М ($s_r = 0.2$), а при использовании графитового электрода, пропитанного эпоксидной смолой, - $2 \cdot 10^{-10}$ М. Определению As (V) не мешают 100-кратные количества щелочных и щелочноземельных металлов, 50-кратные Cu (II), 30-кратные Al (III), Co (II), Fe (III), Cd (II), Pb (II), Zn (II). Влияние соизмеримых количеств P (V) и Si (IV) устраняется на этапе пробоподготовки. Методика применяется для анализа природной и морской вод, молока, пива (Текуцкая Е.Е., Кондратьев В.В., Есипова М.В. Определение As (V) на **модифицированном комплексами Мо (VI) графитовом электроде** методом инверсионной вольтамперометрии // ЖАХ. № 12. С. 1289-1293).

10. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

(20, 30) Рассмотрены **особенности оборудования, расходных материалов и комплектных наборов** для **тонкослойной хроматографии**, которые выпускаются фирмами ЗАО "Сорбполимер" и ООО "Машиностроитель". Приведены сведения о новой разработке - отечественном **видео-денситометре "Сорбфил"**, который обеспечивает наиболее простой метод количественной оценки **ТСХ** и может быть использован для надежного контроля **безопасности пищевых продуктов**, а также во многих других аналитических исследованиях (Коган Ю.Д. Современное отечественное оборудование для тонкослойной хроматографии (ТСХ) // ЖАХ. № 10. С. 1102-1106).

Представлен отклик на попытки отвергнуть как ошибочное традиционное определение исправленного **объема удерживания** выдвинув вместо него якобы ранее неизвестное определение V_R^0 как значения объема удерживания, измеренное на выходе колонки и пересчитанное на среднее давление в ней, при этом это давление приписывается величине V_R^0 . Приведены обоснования традиционного определения и подчеркнуто, что к величине V_R^0 не применимы обычные **газовые законы**: она не зависит от давления и (как газовый объем) температуры и ей могут быть просто приписаны для удобства любые значения этих параметров, в том числе и нормальные. Это свойство исправленного объема удерживания сближает оба известных определения. Постоянной величиной, характеризующей удерживание компонента, является не число молей пропущен-

ного через колонку газа, а только его объем (Волков С.А. *Одвухинтерпретация параметров удерживания в газовой хроматографии* // ЖАХ. № 10. С. 1107-1110).

(20) Исследованы некоторые параметры **прямого ввода пробы без деления потока в капиллярную колонку большого диаметра** (объем вводимой пробы, температура испарителя, скорость газа-носителя, полнота переноса пробы). Определены оптимальные условия работы испарителя, показана возможность такого способа ввода пробы при анализе смесей веществ различных классов (Станьков И.Н., Тарасов С.Н. *Прямой ввод пробы без деления потока в капиллярную колонку большого диаметра* // ЖАХ. № 11. С. 1176-1181).

Обсуждаются возможности использования для **расчета газохроматографических индексов удерживания** (ИУ) линейно-логарифмических корреляционных уравнений, связывающих значения ИУ не с физико-химическими константами или молекулярными параметрами характеризующих органических соединений, а со значениями ИУ более подробно охарактеризованных соединений других рядов (структурных аналогов) на той же самой неподвижной фазе $\lg I(\text{ряд } 2) = a \lg I(\text{ряд } 1) + bA + c$. Параметр А обеспечивает взаимно-однозначное соответствие положения сопоставляемых соединений в каждой из сравниваемых таксонометрических групп веществ. Точность получаемых оценок сравнима с современной межлабораторной воспроизводимостью экспериментального определения индексов удерживания (Зенкевич И.Г. *Взаимная корреляция газохроматографических индексов удерживания органических соединений различных рядов* // ЖАХ. № 12. С. 1272-1279).

Электронно-донорные добавки в системах элюирования в **обращенно-фазовой ВЭЖХ экидистероидов** существенным образом влияют на параметры хроматографического процесса при разделении веществ с близкими временами удерживания. Оптимизацией значений коэффициента разделения α и параметра разделения R_s найдена селективная тройная система $H_2O:AcN:THF$ для обращенно-фазовой ВЭЖХ экидистероидов, содержащая указанные компоненты в соотношении 100:16:4 (по объему) (Колегова Н.А., Володин В.В. *Обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография экидистероидов в системах, содержащих электронно-донорные добавки* // ЖАХ. № 12. С. 1285-1288).

Изучена **адсорбция бензилдиметилтетрадециламмония (зефирамина)** на различных сили-

кагелях. Показано, что максимальная адсорбция зефирамина наблюдается на силикагеле с привитыми фенильными группами. На примере зефирамина, хлорида цетилпиридиния и хлорида цетилтриметиламмония показано, что удерживание неорганических анионов на ионообменниках определяется степенью экранирования четвертичного атома азота в молекуле модификатора. Удерживание анионов при модифицировании силикагелей различными модификаторами увеличивается в ряду: зефирамин > хлорид цетилпиридиния > хлорид цетилтриметиламмония. Показано, что неорганические анионы практически не удерживаются на силикагелях с привитыми группами C_2H_5 , C_8H_{17} и $C_{18}H_{35}$, модифицированных зефирамином, однако удерживание и селективность разделения анионов существенно увеличивается на силикагеле с фенильными группами, модифицированном зефирамином (Использование силикагелей, модифицированных бензилдиметилтетрадециламмонием, в ионной хроматографии / Шаповалова Е.Н., Нарышкина Т.Н., Ананьева И.А. и др. // ЖАХ. № 10. С. 1041-1047).

11. МАСС-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

(22) Разработана схема прямого определения **микроэлементов ультрапресной байкальской воды** с использованием **масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС)** и способом **одно- и многоэлементных стандартных добавок**. Описаны условия анализа. Рекомендованы группы микроэлементов для анализа по способу одно- и многоэлементных добавок в интервале содержаний от 0.05 до 100 мкг/кг, которые были рассчитаны из распределения микроэлементов в изучаемом объекте; их вводят весовым методом. Выбраны внутренние стандарты для используемых в расчетах изотопов определяемых элементов и корреляционные уравнения; оценены метрологические параметры результатов (Определение микроэлементов в байкальской воде методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой / Эпов В.Н., Васильева И.Е., Сутурин А.Н. и др. // ЖАХ. № 11. С. 1170-1175).

13. РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

(22) Предложен способ изготовления из **органических экстрактов тонкопленочных излучателей** на основе блок-сополимера полисилоксана и поликарбоната. Разработана **экстракционно-рентгенофлуоресцентная** методика, по-

звляющая определять в **питьевых водах** до 0.005 мг/л мышьяка и 0.0025 мг/л селена (для содержаний мышьяка или селена 0.05-0.1 мг/л $s_r = 0.05-0.08$; систематические погрешности по t-критерию незначимы) (Макаровская Я.Н., Эксперандова Л.П., Бланк А.Б. Экстракционно-рентгенофлуоресцентное определение селена и мышьяка в питьевой воде // ЖАХ. № 11. С. 1167-1169).

(22) Для **анализа почв, осадков и рыхлых отложений** разработана методика неdestructивного **рентгенофлуоресцентного анализа** основных и некоторых микроэлементов, не требующая предварительной обработки образца, за исключением просушивания его при 105° С. Обсуждается, почему рассматриваемые среды нельзя гомогенизировать сплавлением. Процедура матричной коррекции основана на а-коэффициентах, рассчитанных для гомогенных материалов. Согласие между результатами РФА и аттестованными величинами удовлетворительное (Айсуева Т.С., Гуничева Т.Н. Неdestructивный рентгенофлуоресцентный анализ почв, шлов, речных и донных осадков // ЖАХ. № 11. С. 1222-1227).

14. МЕТОДЫ АТОМНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

(20) Предложен простой экспрессный метод измерения **скорости разогрева** центральной части **графитовой печи для атомно-абсорбционной спектроскопии**. По экспериментально найденной зависимости интенсивности излучения поверхности печи от времени определена скорость разогрева серийной печи А-5 "ГРАФИТ-2" при конечных установочных температурах в диапазоне от 2073 до 2773 К. Найдена аппроксимирующая функция для различных режимов разогрева печи (Розульский Ю.В., Холодов Р.И., Суходуб Л.Ф. Определение скорости разогрева графитовой печи для атомно-абсорбционной спектроскопии // ЖАХ. № 10. С. 1077-1080).

(22) Предложен новый высокочувствительный **атомно-абсорбционный/атомно-флуоресцентный метод** определения **Ag, Bi, Cd, Pb и Tl (III) в природных водах**, включающий **динамическое концентрирование** металлов непосредственно в тигле-микроколонке. Тигель выполняет функцию как независимо нагреваемой камеры электротермического атомизатора, так и микроколонки для динамического концентрирования металлов на ДЭТАТА-сорбенте. Пределы обнаружения металлов в водах составили (нг/л): Ag, Cd – 0.3-1.0; Bi, Pb, Tl – 2-10. Правильность определения ультраследов металлов в **речной, морской воде и атмосферных осадках** подтверждена методом "введено-найденно" и анализом образцов незави-

симым методом (Орешкин В.Н., Цизин Г.И., Внуковская Г.Л. Атомно-абсорбционное/атомно-флуоресцентное определение следов элементов в природных водах с использованием атомизатора – микроколонки для концентрирования // ЖАХ. № 11. С. 1163-1166).

(22) Представлены результаты методических исследований **атомно-эмиссионного спектрального анализа вод и растворов** на квантометре МФС-8 при возбуждении спектра **сухих остатков проб** с торца угольного электрода в униполярной дуге переменного тока. Разработанная методика обеспечивает прямой анализ проб с pH 2-7 по единым градуировочным зависимостям и применена для определения некоторых тяжелых металлов в **сточных водах и кислотных вытяжках из почв**. Правильность полученных результатов подтверждена контрольными определениями методом атомно-абсорбционной спектроскопии. При анализе проб объемом 100 мкл методика характеризуется следующими пределами обнаружения (мкг/л): Mn – 0.1, Zn – 0.3, Cu – 0.5, Cd – 1, Pb и Ni – 2 (Дробышев А.И., Емелина О.И. Анализ вод и растворов атомно-эмиссионным методом на квантометре МФС-8 // ЖАХ. № 12. С. 1300-1303).

15. МЕТОД МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

(4, 28) Представление **структур соединений в базе данных по ИК-спектроскопии** в виде исчерпывающего набора **неизоморфных k-вершинных подграфов** (фрагментов) открывает новые возможности при определении фрагментного состава соединений, исследуемых по ИК-спектрам. На примерах анализа результатов многочисленных поисков по ИК-спектрам различных соединений известного строения показано, что с вероятностью >0.75 опознаются свыше 11000 различных фрагментов. Приводятся примеры фрагментов, сопоставляются вероятности их опознания, обсуждаются причины, влияющие на величину этого параметра. В эксперименте анализировалось ≈ 108 000 фрагментов, характеризующих структуры ≈ 31000 различных органических соединений. В условиях, моделирующих отсутствие спектра исследуемого соединения в БД, установлены соотношения между распознаваемыми и нераспознаваемыми фрагментами, а также корректно и ошибочно распознаваемыми фрагментами. Результативность подхода статистически обосновывается и демонстрируется конкретными примерами (Пиоттух-Пелецкий В.Н., Коробейничева И.К., Дерендяев Б.Г. Определение фрагментарного состава соединения с

использованием базы данных по ИК-спектроскопии // ЖАХ. № 10. С. 1020-1030).

Спектрофотометрически изучена **кинетика комплексообразования** в системе **молибден (VI) – азосоединение – гидроксилламин**. В качестве азосоединений изучены *о,о'*-диоксазосоединения (люмогаллион ИРЕА и магнезон ИРЕА) и гетероциклические азосоединения [4-(2-пиридилазо)резорцин и 2-(5-бром-2-пиридилазо)-5-диэтиламинофенол]. Установлено образование смешаннолигандных соединений с соотношением компонентов 1:1:1. Вычислены константы скоростей, энергии активации, константы устойчивости образующихся соединений. На основании полученных данных сделан вывод о перспективах использования реагентов в аналитической химии молибдена (*Кинетика комплексообразования молибдена (VI) с о,о'-диоксазосоединениями или гидроциклическими азосоединениями в присутствии гидроксиламина / Кочелаева Г.А., Дегтерев М.Ю., Иванов В.М. и др. // ЖАХ. № 11. С. 1147-1152*).

(1) Определены цветометрические характеристики (коэффициенты диффузного отражения, координаты цвета, насыщенность, белизна, желтизна, цветовой тон, общее цветовое различие) как цветометрические функции (ЦФ) от концентрации для (4.88-24.4)·10⁻⁶М растворов **арсеназо III** (при pH 2-12.6) и его сорбатов на анионообменнике АВ-17. Вычислены уравнения для градуировочных графиков для ЦФ и молярные коэффициенты ЦФ всех форм арсеназо III в растворах. Показано, что ЦФ использовать перспективнее по сравнению с оптической плотностью или коэффициентом диффузного отражения (*Иванов В.М., Ершова Н.И., Фигуровская В.Н. Оптические и цветометрические характеристики арсеназо III // ЖАХ. № 11. С. 1153-1158*).

Найдены оптимальные условия образования **комплексов ионов La, Nd, Sm, Tb, Dy, Ho, Er, Yb с 4-(2-пиридилазо)резорцином (ПАР)**. Показано, что в зависимости от pH могут образовываться два вида комплексов, которые различаются по ионному состоянию *п*-оксигруппы в ПАР. Определены молярные коэффициенты поглощения комплексов, образующихся в слабощелочной среде, и цветометрические характеристики комплексов. Выведены корреляционные уравнения связи всех цветометрических характеристик с концентрацией РЗЭ в диапазоне 10-50 мкг в 25 мл раствора. Установлено, что максимально зависят от концентрации РЗЭ в растворе цветометрические характеристики – координата цвета, желтизна и цветовой тон. Их использование позволя-

ет повысить чувствительность определения РЗЭ при помощи ПАР в 35-50 раз по сравнению с фотометрическим методом (*Иванов В.М., Дашдэндэв Б., Фигуровская В.Н. Фотометрические и цветометрические характеристики 4-(2-пиридилазо)резорцинов редкоземельных элементов // ЖАХ. № 12. С. 1259-1264*).

(22, 29) Описан экспрессный, простой и чувствительный метод спектрофотометрического определения следов селена. Метод основан на **каталитическом влиянии Se (IV)** на реакцию метилового фиолетового с сульфид-ионами при pH 8. Реакцию контролировали спектрофотометрически, измеряя уменьшение оптической плотности при 590 нм и используя метод фиксированного времени. Интервал определяемых содержаний селена 80-1800 нг/мл. Предел обнаружения 42 нг/мл. Относительное стандартное отклонение 0.0121 при определении 600 нг/мл селена (*n* = 11). Метод позволяет определять Se (IV) в присутствии Se (VI) и общее содержание селена. Предложенный метод использовали для определения селена в **воде и в гигиенических товарах** (*Афхамия А., Мосад Ф. Спектрофотометрическое определение селена по каталитической реакции метилового фиолетового с сульфидом // ЖАХ. № 12. С. 1268-1271*).

18. ТЕСТ-МЕТОДЫ

(22, 29) Предложен тест-метод определения железа (II, III), основанный на пропорциональной зависимости от его концентрации длины окрашенной зоны индикаторной бумаги, импрегнированной осадками гексацианоферратов (II, III), заклеенной в полимерную пленку и контактирующей одним концом с исследуемой жидкостью. Диапазон определяемых содержаний железа (II, III) составляет 0,1-500 мг/л. Разработаны методики определения железа в **биологических объектах и объектах окружающей среды**. Относительное стандартное отклонение не превышает 0.34; время анализа 15-20 минут (*Амелин В.Г. Тест-определение железа (II, III) с использованием индикаторных бумаг // ЖАХ. № 9. С. 991-993*).

(22) Реактивная индикаторная бумага (РИБ) разработана на основе полидентатной иррегулярной 8-гидрокси-5,7-дихлор-2-хинолилгидразон-6-а-целлюлозы со статистической обменной емкостью 0.02-0.6 мг-экв/г по ионам железа (III) и изучена в качестве реагента на железо **(II, III)**. Сравнение комплексообразующих свойств РИБ и таких же свойств ее близких аналогов-реагентов: 8-гидрокси-5,7-дихлор-2-хинолилгидразонов альдегида, бензальдегида, салицилового альде-

гида и ацетона показало более высокую эффективность РИБ. Методики экспрессного определения железа с помощью листов РИБ в форме прямоугольника 9.8x40 мм, квадрата 10 мм или круга 10 мм, а также устройства концентрирования на РИБ позволяют определить 0.01-10 мг/л всех растворенных форм железа (II, III) визуально с помощью цветовой шкалы с относительной погрешностью 30-50 %; а также спектральным денситометрическим методом с помощью фотометра-денситометра ПФКД-1000 ($s_r = 0/27$ при $P = 0.95$ и $n = 3$ для концентраций 0.05-0.2 мг/л; $s_r = 0.10$ для 0.2-0.5 мг/л). Проведена апробация методик в полевых условиях на образцах **поверхностных вод и жидких гидразинов** (Экспрессное определение железа в жидких средах реактивной индикаторной бумагой / Островская В.М., Виноградов В.Ю., Лифинцева Т.В. и др. // ЖАХ. № 10. С. 1081-1087).

(22) Предложен **тест-метод** определения ионов **меди (II), ртути (II), серебра, кобальта (II), висмута (III)**, основанный на пропорциональной зависимости от их концентрации длины окрашенной или обесцвеченной зоны **индикаторной бумаги** размером 3x80 мм, заклеенной в полимерную пленку и контактирующей одним концом с анализируемым раствором. Бумага импрегнирована осадками диэтилдитиокарбаминатов металлов, способных замещаться на определяемые ионы. Диапазон определяемых содержаний меди (II) – 0.05-500 мг/л, ртути (II) – 0.5-100 мг/л, серебра – 0.5-100 мг/л, висмута (III) – 1-100 мг/л, кобальта (II) – 0.2-200 мг/л. Изучена **избирательность** тест-методов и разработаны методики определения меди (II) в различных **объектах окружающей среды**, ртути (II), кобальта (II), висмута (III) и серебра – в **растворах**. Относительное стандартное отклонение не превышает 0.3, время анализа 15-20 минут (Амелин В.Г. Применение в тест-методах индикаторных бумаг, содержащих малорастворимые комплексы металлов с диэтилдитиокарбаминатом // ЖАХ. № 10. С. 1088-1093).

(3, 22) На основании равноконтрастной **цветоизмерительной системы** и действующих метрологических документов оценена максимальная погрешность **визуального полуколичественного определения в воде ионов железа (II, III), кадмия, кальция, кобальта, магния, меди, ртути, свинца, цинка; суммы тяжелых металлов: железа (II, III), кадмия, кобальта, меди, никеля, ртути, цинка; суммы тех же металлов, а также марганца, серебра, свинца и лантана; нитрата, нитрита, сульфата, фосфата, свободного хлора, хлорида, хромата и pH** с применением компараторов, имеющих цвето-

вые и соответствующие им концентрационные шкалы сравнения, причем концентрации возрастают в геометрической прогрессии со знаменателем 3 или 2. Расчетно и экспериментально показано, что визуальный тест-метод позволяет определять микрокомпонент полуколичественно с относительной максимальной погрешностью 33 или 50 % при условии разбивки общего интервала цветовой шкалы, подобранной по стандартным шкалам охвата, не более чем на 6-7 ступеней. Большее количество ступеней превращает эту оценку в качественную. Аттестованы 20 методик экспрессного тестового полуколичественного определения ионов в **воде** (Островская В.М. О максимальной погрешности визуального тестирования воды реagentными индикаторными средствами // ЖАХ. № 11. С. 1126-1133).

19. ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

(9, 15, 22, 29) Предложена методика **проточно-инжекционного** определения **тиоцианата**, основанная на **каталитическом действии** тиоцианата при окислении нильского голубого броматом в присутствии нитрита в кислой среде. Реакцию регистрировали **спектрофотометрически** по уменьшению светопоглощения нильского голубого при 590 нм. Исследовано влияние на чувствительность различных факторов и установлены оптимальные условия определения. Производительность определения 35-45 проб в час в диапазоне 0.010-3.00 мкг SCN^- , предел обнаружения 0.008 мкг. Относительное стандартное отклонение при определении 0.010 мкг SCN^- составило 0.017 ($n=10$). Методика применена для определения тиоцианата в **сыворотке крови и сточных водах** (Энсафи А.А., Факхри А.Р. Спектрофотометрическое проточно-инжекционное определение тиоцианата // ЖАХ. № 10. С. 1072-1076).

21. СЕНСОРЫ

(22) Исследованы одноразовые **электрохимические сенсоры** на основе **углеродных материалов**. Описаны конструкция и характеристики одноразовых сенсоров и **биосенсоров** для определения различных субстратов: **пероксида водорода, фенола и его производных, диоксида серы в газовой и жидкой средах**. Рассмотрены основные требования к одноразовым сенсорам и реализация их преимуществ (Одноразовые электрохимические сенсоры для анализа **объектов окружающей среды** / Тарасевич М.Р., Богдановская В.А., Гегишдзе Л.В. и др. // ЖАХ. № 9. С. 966-972).

(22) Разработаны **электрохимические биосенсоры** на основе **pH-метрических и угольно-пастовых электродов** в сочетании со сменными **холин-эстеразными мембранами** на основе бумаги и полимерных мембран (**нейлон, Hybond, Amersham и нитрат целлюлозы, Sartorius**). Биосенсоры позволяют экспресс-определение **диазонина, фозалона, метафоса, корала** с пределом обнаружения $n(10^{-8}-10^{-9})$ М. Варьирование аналитических характеристик определения **пестицидов** в зависимости от материала мембраны обусловлено сорбцией ингибитора на поверхности мембраны и зависит от гидрофобности материала мембраны и ингибитора. Изучены пути изменения чувствительности определения пестицидов путем добавок поверхностно-активных веществ и механизм отклика биосенсоров к ингибиторам различного механизма действия в стационарных и проточно-инжекционных условиях измерения (*Сравнительная оценка электрохимических биосенсоров для определения ингибиторов – загрязнителей окружающей среды / Будников К.Г., Евтюгин Г.А., Ризаева Е.П. и др. // ЖАХ. № 9. С.973-981*).

(29) Предложен новый способ **иммобилизации ДНК** на нитроцеллюлозной мембране, сохраняющей активность **биомолекул** в течение месяца. Иммуобилизованная ДНК использована в качестве биочувствительной части **амперометрического сенсора** на основе стационарного ртутно-пленочного электрода. Для расширения его аналитических возможностей изучен пик тока каталитического выделения водорода при потенциале -1.4 В, возникающий при комплексообразовании платины (II) с антителами к ДНК. **Биосенсор** использован для определения концентрации антител к ДНК в диапазоне: $5.0 \cdot 10^{-10}$ – $7.0 \cdot 10^{-8}$ М. Предложена схема иммуноанализа (*Амперометрический биосенсор на основе дезоксирибонуклеиновой кислоты и комплексов платины (II): новые аналитические возможности / Бабкина С.С., Улахович Н.А., Медянцева Э.П., Зявкина Ю.И. // ЖАХ. № 11. С.1205-1211*).

(8) Предлагается с помощью **иммуоферментного сенсора диагностировать заболевания картофеля PhI**, оценивать степень поражения растений и своевременно определять наличие антигена PhI в анализируемых образцах. Увеличение каталитической активности иммуобилизованной холинэстеразы в присутствии иммунных комплексов в определенных условиях позволяет снизить предел обнаружения биологически активных соединений, а предлагаемый вариант иммуоферментного анализа выгодно отличает-

ся от других экспрессностью определений (*Определение антимигена *Phytophthora infestans* с помощью амперометрического иммуоферментного сенсора // Медянцева Э.П., Кутырева М.П., Халдеева Е.В. и др. // ЖАХ. № 12. С.1294-1299*).

(22) На основании результатов изучения **электродов с полупроводниковыми мембранами** из германия р-типа, арсенида индия, антимонида индия разработаны унифицированные методики **определения pH, карбонатов, гидрокарбонатов, боратов в пластовых водах**, а также **меркаптанов и сульфидов в конденсатах**, отличающиеся экспрессностью и высокой надежностью. Впервые обнаружена чувствительность к pH и **серосодержащим соединениям** мембраны из полупроводникового антимонида индия, что позволило использовать его для изготовления индикаторного электрода, характеризующегося высокой механической прочностью, инертностью в агрессивных средах и неводных растворителях, возможностью обновления рабочей поверхности простым снятием верхнего слоя (*Бурахта В.А., Хасаинова Л.И. Экспресс-анализ пластовых флюидов с использованием электродов с полупроводниковыми мембранами // ЖАХ. № 12. С.1304-1306*).

22. АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

(1, 5) Рассмотрены цели, содержание, особенности и проблемы **экоаналитического мониторинга**. Обсуждены проблемы **пробоотбора** и **пробоподготовки**, методы **идентификации** и определения **веществ-загрязнителей** (*Кузьмин Н.М. Экоаналитический мониторинг // ЖАХ. № 9. С.902-908*).

(1, 3, 18) Обсуждаются методологические вопросы применения **биотестирования в экоаналитике**, в том числе **терминология**, соотношение экологического и гигиенического **нормирования загрязнителей**, экотоксикологические основы биотестирования, проблема нормы в процедуре биотестирования, **метрология, стандартизация** и практические аспекты применения биометодов (*Методологические проблемы применения биологических методов в экоаналитике / Гелашвили Д.Б., Туманов А.А., Безруков М.Е. и др. // ЖАХ. № 9. С. 909-912*).

(1, 3, 5, 12, 13, 14) Рассмотрены особенности некоторых этапов химического анализа, в частности **пробоотбора, пробоподготовки**, обработки и интерпретации данных **экспедиционных исследований**. Показано, что применение комплекса: а) средств и методик пробоотбора (на по-

лигонах, на разрезах суточных станций, на борту заякоренного судна и во время его движения) и пробоподготовки (с гранулометрическим, минералогическим и литологическим контролем); б) синхронной регистрации параметров водных/воздушных масс (гидрофизических, гидрохимических, гидробиологических, метеорологических); в) методов элементного анализа (НАА, РФА, АЭС-ИСП, ААС) и стандартных образцов состава; г) кластерного и факторного анализа при обработке данных – гарантирует **качество результатов анализа** и эффективное решение поставленной задачи (Колесов Г.М., Аникиев В.В. Специфичность отбора и анализа проб и интерпретации данных экспедиционных океанологических исследований // ЖАХ. № 9. С.918-928).

(15) Рассмотрены объекты исследования, методические основы, аппаратные средства и перспективы **дистанционного** многокомпонентного **анализа атмосферного воздуха** с помощью перестраиваемых по частоте лазерных источников (Особенности дистанционного определения атмосферных загрязнителей методом **лазерной ИК-спектроскопии** / Холодных А.И., Быков И.В., Давыдов А.В., Житов А.Н. // ЖАХ. № 9. С.934-942).

(11) Показана эффективность количественного **многоэлементного анализа** байкальской **воды** методом **масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой** в сочетании с весовым методом одно- и многоэлементных **стандартных добавок**. Даны рекомендации для расчета концентраций добавок, выполняемых по данным предварительного полуколичественного масс-спектрометрического анализа. Описаны инструментальные условия анализа и методические приемы: введение стандартных добавок весовым методом; выбор и использование в качестве **внутренних стандартов** элементов, находящихся в исследуемом объекте, рабочем газе аргоне или многоатомных ионов, образующихся в плазме; учет наложений по составленным корреляционным уравнениям. Замена при анализе воды метода одноэлементных на метод многоэлементных стандартных добавок улучшает экономические показатели анализа без ухудшения метрологических характеристик (Определение макроэлементов в байкальской воде методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой / Эпов В.Н., Васильева И.Е., Ложкин В.И. и др. // ЖАХ. № 9. С.943-948).

(10, 20) Показаны возможности определения в **питьевых водах** приоритетных загрязнителей (**пестицидов, летучих хлорированных углево-**

дородов, фенола и его производных, анионов сильных и слабых кислот, катионов) на сертифицированных **газовых, жидкостных и ионных хроматографах** с использованием аттестованных методик (Яшин Я.И., Яшин А.Я. Новые возможности определения загрязнителей питьевых вод хроматографическими методами // ЖАХ. № 9. С.949-956).

(10, 20) Показана перспективность применения **портативных газовых хроматографов** серии ЭХО для экспрессных анализов объектов **окружающей среды**. Анализировали как **жидкие пробы**, так и **равновесный пар**. Экспрессность достигается за счет применения **поликапиллярных колонок** (Экспрессный анализ объектов окружающей среды с применением портативных газовых хроматографов и поликапиллярных колонок / Грузнов В.М., Шишмарев А.Т., Филоненко В.Г. и др. // ЖАХ. № 9. С.957-961).

(10) Оптимизирован метод определения **анионов** на обычном **высокоэффективном жидкостном хроматографе с УФ-детектором и обращенно-фазовой колонкой**, применимый для различных объектов окружающей среды. Объем пробы воды для анализа составляет 50-100 мкл; метод пригоден для определения анионов в **атмосферном аэрозоле и поровых водах донных осадков** позволяет анализировать в условиях полевых и мобильных лабораторий на местах отбора проб (Барам Г.И., Вережагин А.Л., Голобокова Л.П. Микроколоночная высокоэффективная жидкостная хроматография с УФ-детектированием для определения анионов в объектах окружающей среды // ЖАХ. № 9. С.962-965).

(21) Проведен анализ физических **принципов обнаружения** и предложен метод определения **горючих газов в воздухе** путем регистрации **тепловых эффектов химических реакций** при помощи **термочувствительных пьезокварцевых резонаторов**. Приведены экспериментальные результаты. Разработаны пьезокаталитические **датчики** определения горючих смесей в воздухе с пределом обнаружения 10^{-2} об.% (Зуев К.Б., Оленин А.Ю., Ягов В.В. Возможность определения горючих газов в воздухе при помощи пьезокаталитических сенсоров // ЖАХ. № 9. С.982-984).

(21) Приведены результаты исследования комплексов поли-[N-2-R-оксикарбонилэтил]этилениминов с хлоридом меди (II), где R - этил, n-бутил, n-децил, в качестве чувствительных покрытий **пьезорезонансных сенсоров** для определения паров несимметричного диметилгидразина в воздухе. Показано, что сорбция определяемого вещества на всех сорбентах имеет обрати-

мый характер. Установлено, что аналитические параметры сенсоров в значительной степени определяются природой радикала в сложноэфирной группе полимерного лиганда и координационной насыщенностью иона металла в комплексе. Максимальные чувствительность и гидрофобность получены при использовании комплекса состава $N:Cu = 2$ и $R = n$ -децил. Предел обнаружения сенсора с этим покрытием составляет 0.15 мг/м^3 (*Определение паров несимметричного диметилгидразина в воздухе с использованием массочувствительных пьезорезонансных сенсоров / Могилевский А.Н., Гречников А.А., Калашникова И.С., Перченко В.Н. // ЖАХ. № 9. С.985-990*).

(8) Разработана и аттестована методика экспрессного определения **HF** ($0.03\text{--}20.00 \text{ мг/м}^3$) в **воздухе рабочей зоны алюминиевых заводов потенциометрическим методом** при температуре $+50\text{--}10^\circ \text{C}$. Погрешность определения не превышает $\pm 10\%$ (*Костюкова И.С., Дзержко Е.К., Эннан А.А. Определение фтороводорода в воздухе рабочей зоны алюминиевых заводов // ЖАХ. № 9. С.994-998*).

(1) Рассмотрена роль методов аналитической химии в анализе **объектов окружающей среды** и показана важность подготовки для этого **специалистов** широкого профиля и прежде всего - **аналитиков-экологов** (*Будников К.Г. Экологические аспекты в преподавании аналитической химии // ЖАХ. № 9. С.999-1004*).

III Всероссийская **конференция** по анализу **объектов окружающей среды** "Экоаналитика-98" с международным участием (*ЖАХ. № 9. С.1005-1006*).

(15) В кислых растворах в присутствии персульфата аммония **реакция ванадия (V) с галловой кислотой** с образованием комплекса оранжевого цвета применена для улучшения определения следов ванадия в воде новым методом, названным **"первично-вторичноволновой спектрофотометрией"**. Показано, что воспроизводимость и правильность возрастают; чувствительность определения выше, чем в обычной спектрофотометрии. Относительное стандартное отклонение составило менее 0.056, правильность 94-105% (*Хонгвен Гао. Первично-вторичноволновая спектрофотометрия для усовершенствования субмикрроопределения ванадия в природной воде // ЖАХ. № 10. С.1063-1066*).

(15) Описан простой **спектрофотометрический метод** определения низких концентраций **гидразина**, основанный на **ингибирующем действии** гидразина на реакцию бриллиантового крезилового синего с нитритом в кислой сре-

де. Реакцию регистрируют спектрофотометрически при 625 нм. Изучено влияние концентрации реагента и температуры. Гидразин можно определить в диапазоне $0.05\text{--}5.00 \text{ мкг/мл}$ с пределом обнаружения 0.040 мкг/мл . Также изучено возможное влияние мешающих веществ на определение гидразина. Метод использовали для определения гидразина в **водных образцах** (*Энсафи А.А., Садеги М.М., Эмамеи Ф. Кинетический метод определения гидразина со спектрофотометрическим детектированием // ЖАХ. № 11. С.1159-1162*).

(10) Реакция **окисления о-дианизидина** пероксидом водорода, катализируемая фосфорсодержащими пестицидами, осуществлена на поверхности кремнезема. Хотя продукты данной реакции на поверхности сорбента те же, что и для реакции в растворе, скорость реакции на сорбенте выше. Это позволило снизить абсолютные пределы обнаружения метафоса и фозалона на 1-2 порядка по сравнению с их определением по реакции в растворе. Показана возможность использования данной реакции для детектирования этих пестицидов при хроматографии в тонком слое с $c_{\text{мин}} 0.6\text{--}0.7 \text{ мкг}$. Правильность методики проверена на примере анализа яблок (*Капанадзе А.Л., Беклемишев М.К., Долманова И.Ф. Определение фосфорсодержащих пестицидов каталитическим методом на пластинках для тонкослойной хроматографии // ЖАХ. № 11. С.1182-1187*).

(4, 10, 15, 16) На основе **теории вероятности и теории распознавания образов** предложена методика идентификации **источников загрязнения водной среды нефтепродуктами** с использованием **спектров или хроматограмм низкого разрешения**. Методика обеспечивает объективные вероятностные оценки совпадения профилей на спектрах и хроматограммах нефтепродуктов с помощью тонкослойной и жидкостной хроматографии (*Музалевский А.А. К вопросу об идентификации источников загрязнения водной среды нефтепродуктами // ЖАХ. № 12. С.1244-1250*).

(10) Изучено **бромирование фенола, п-крезола и хлорфенолов в водном растворе** для последующего определения бромпроизводных **газохроматографическим методом с электронно-захватным детектором**. Найдены условия количественного получения бромпроизводных фенолов. Предложены способы идентификации и определения фенола, п-крезола, 2- и 4-хлорфенолов, 2,4- и 2,6-дихлорфенолов, 2,4,6-трихлорфенола в питьевой воде. Интервал определяемых кон-

центраций 0.05-100 мкг/л, погрешность 5-25 %, продолжительность определения 40 минут (*Условия бромирования и газохроматографическое определение фенолов в питьевой воде / Коренман Я.И., Груздев И.В., Кондратенко Б.М., Фокин В.Н. // ЖАХ. № 12. С.1280-1284*).

23. АНАЛИЗ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

(6, 9) Разработан метод количественного извлечения **рений** из **труднорастворимых руд, пород, концентратов**, основанный на **вакуумно-термической экстракции** его в токе воздуха в виде летучего оксида Re_2O_7 . Рений, экстрагированный из матрицы, поглощается раствором щелочи, в котором его определяют **кинетическим методом**, основанным на катализируемой рением окислительно-восстановительной реакции хлорида олова (II) с N,N-диметилдитиооксанидом в щелочной среде. Сконструирована кварцевая аппаратура, найдены условия 100 %-ного извлечения рения. Метод использован при анализе природных материалов, содержащих от 1 до 600 г/т рения. Метод позволяет сократить время анализа в 5-6 раз по сравнению с обычными способами разложения (*Божков О.Д., Борисова Л.В. Вакуумно-термическая экстракция рения из природных материалов с последующим определением кинетическим методом // ЖАХ. № 10. С.1053-1056*).

(8, 21) Разработаны способы **потенциометрического определения** содержания **свинца** в **минералах** с помощью химических **сенсоров** методами прямой потенциометрии, потенциометрического титрования и методом добавок. Содержание свинца в анализируемых образцах составило 16.3 ± 0.5 % - для образца (I), 2.5 ± 0.2 % - для образца (II) и 1.6 ± 0.1 % - для образца (III) (*Ионометрическое определение свинца в минералах / Власов Ю.Г., Ермоленко Ю.Е., Колодников В.В., Мурзина Ю.Г. // ЖАХ. № 11. С.1191-1197*).

27. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

(5) С целью интенсификации **разложения хромитов** предложен комплексный метод **подготовки проб к анализу**, сочетающий **механическую активацию образца** с введением твердофазной добавки (4 % NH_4Cl). Показана возможность такого способа пробоподготовки при определении элементов **платиновой группы** (*О проблеме растворения хромитов при определении элементов платиновой группы / Цимбалист В.Г., Разворотнева Л.И., Аношин Г.Н., Юсупов Т.С. // ЖАХ. № 10. С.1031-1036*).

(6, 12, 23) Предложен высокоэффективный способ выделения **осмия** в **радиохимически**

чистом состоянии с использованием новой экстракционной системы - **α -олефины в присутствии органических сульфидов**. На его основе разработан унифицированный метод **нейтронно-активационного** определения осмия в **продуктах медно-никелевого производства** в диапазоне содержаний 0,0001-3 г/т с улучшенными метрологическими характеристиками (*Экстракционное концентрирование осмия α -олефинами с последующим радиоактивационным определением в продуктах медно-никелевого производства / Торгов В.Г., Яценко В.Т., Гудков В.А., Шульман Р.С. // ЖАХ. № 10. С.1057-1062*).

(6, 14, 23) Разработаны методики определения **палладия (II)** с использованием **кремнезема**, химически модифицированного N-аллил-N'-пропилтиомочевинной. Пределы обнаружения палладия (II) сорбционно-фотометрическим методом равны 1 мкг/0.1 г сорбента и 1.5 мкг/л. **Сорбционно-атомно-абсорбционная** методика включает сорбционное концентрирование, элюирование сорбированного палладия растворами тиомочевинной в хлороводородной кислоте и последующее определение палладия в элюате методом атомно-абсорбционной спектроскопии (предел обнаружения 0.05 мкг/мл). Методики использованы при определении палладия в стандартных **образцах медно-никелевых руд и промпродуктов** (*Сорбция палладия кремнеземом, модифицированным N-аллил-N'-пропилтиомочевинной с последующим спектрометрическим определением / Лосев В.Н., Волкова Г.В., Мазняк Н.В. и др. // ЖАХ. № 12. С.1254-1258*).

28. АНАЛИЗ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

(10, 15) Предложены **оптические (ПМР, УФ) и хроматографический (ТСХ)** методы идентификации и установления чистоты органических соединений биологически активных соединений. Для количественного определения препаратов в виде ионного ассоциата трийодид-иона с катионом красителя 1,3-диметил-2-(4-пиперидинофенил)азобенамидазолия фенилсульфатом разработан чувствительный экстракционно-спектрофотометрический метод ($\epsilon_{580} = (3.2-3.4) \cdot 10^4$, $m_{\text{min}} = 0.8-1.6$ мкг), отличающийся хорошей воспроизводимостью результатов ($s_r \leq 0.006$) (*Подгорная Е.Б., Черновьянц М.С., Пыщев А.И. Разработка методов идентификации и экстракционно-фотометрического определения биологически активных органических полииодидов // ЖАХ. № 10. С.1048-1052*).

(15) Обсуждается возможность снижения предела обнаружения **ароматических углеводов**

дов в парафинах фракции 190-365°C по ГОСТ 27808-88 до уровня 0.00050% мас. Показано, что используемый в ГОСТ одноволновой метод **спектрофотометрирования** имеет предел обнаружения 0.005 % мас. Обоснована необходимость перехода в рамках методики ГОСТа к двухволновому способу спектрофотометрирования. Даны рекомендации по выбору длин волн для трех диапазонов: 0-0.005, 0-0.01, 0-0.02 % мас. Приведены уточненные расчетные формулы для определения ароматических углеводородов в парафинах (Галль Л.Н., Иванова Н.В., Максимов С.И. *Определение микроконцентраций ароматических углеводородов в парафинах двухволновым спектрофотометрированием* // ЖАХ. № 10. С. 1067-1071).

(15) Разработан метод определения **моонитро- и динитростильбенов**, основанный на их восстановлении формамидинсульфиновой кислотой и последующим **фотометрическим** определением полученных аминов с *p*-диметиламинобензальдегидом. Продолжительность анализа 30 мин. Молярный коэффициент поглощения $\sim 2 \cdot 10^4$. Интервал определяемых содержаний $(2 \cdot 10) \cdot 10^{-5}$ М (Бузланова М.М., Каранди И.В., Обтеперанская С.И. *Фотометрическое определение нитростильбенов с использованием формамидинсульфиновой кислоты* // ЖАХ. № 11. С. 1144-1146).

29. АНАЛИЗ БИОЛОГИЧЕСКИХ И МЕДИЦИНСКИХ ОБЪЕКТОВ, ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ

(5) Разработана новая схема **пробоподготовки тканей животного происхождения** для определения **органических ядов** с низкой летучестью, преимущества которой заключаются в расширении круга извлекаемых веществ, снижении трудоемкости и расхода токсичных органических растворителей (Зимнухов В.В., Удалов А.В. *Пробоподготовка биологических объектов при определении токсичных органических веществ* // ЖАХ. № 9. С. 929-933).

(8) Показана возможность определения **лекарственного препарата корданума**, применяемого при лечении сердечно-сосудистых заболеваний, **методом инверсионной вольтамперометрии в водных и водно-органических средах**. Разработана экспрессная методика определения корданума в **сыворотке крови** (*Определение корданума (талиналаола) в биологических средах методом инверсионной вольтамперометрии* / Ивановская Е.А., Синегубова Ю.В., Луста И.В., Карпов Р.С. // ЖАХ. № 11. С. 1198-1199).

(15, 30) Изучена возможность **спектрофотометрического** определения **цистеина в водных**

растворах. Выявлено влияние pH, концентрации и времени стояния растворов на оптические характеристики (*Спектрофотометрическое определение цистеина в водном растворе* / Рожнова О.И., Котова Д.Л., Селеменев В.Ф., Крысанова Т.А. // ЖАХ. № 12. С. 1265-1267).

(10) Разработан простой, экспрессный и чувствительный метод количественного определения следовых содержаний **фенилпропаноламина в сыворотке крови человека** методом **высокоэффективной жидкостной хроматографии**. Использована колонка размером 150 × 4.6 мм, с обращенно-фазовым сорбентом Лихросфер С18 (величина зерна 5 мм). В качестве подвижной фазы в изократическом режиме использовали 6.3 %-ный раствор ацетонитрила в 0.025 %-ном водном растворе дигидрофосфата натрия. Скорость подачи подвижной фазы была 1.5 мл/мин, ее pH доводили до 3.0 с помощью 1 М H_3PO_4 . Применяли УФ-детектор с длиной волны 215 нм. Внутренним стандартом служил эфедрин гидрохлорид. Время удерживания определяемого вещества и внутреннего стандарта составляло 4 и 5.3 мин соответственно. Степень извлечения – около 87 %; минимально обнаруживаемое содержание в сыворотке 5 нг/мл. Коэффициенты вариации в пределах одного дня и в разные дни для низких и высоких концентраций в интервале 20-160 нг/мл колебались в пределах от 1.6 до 5.2 % и от 3.0 до 7.3 % соответственно. Концентрационная зависимость линейна в интервале 25-250 нг/мл и описывается регрессионным уравнением $y = 0.0089x - 0.014$ с коэффициентом корреляции $r = 0.9991$ ($n = 36$). Для разработанного метода определены линейный диапазон концентрационной зависимости, специфичность, правильность, воспроизводимость. Метод успешно применен для анализа биологических проб двух типов, содержащих фенилпроаноламин гидрохлорид. Препарат был введен перорально 24 здоровым мужчинам – добровольцам (*Определение следовых содержаний фенилпропаноламина в сыворотке крови человека методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии* // Заатер М.Ф., Наджиб Н., Тауб И., Ганем Е. // ЖАХ. № 12. С. 1307-1311).

30. АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И КОРМОВ

(4, 10) Разработана методика определения **гистамина в рыбной продукции** методом **тонкослойной хроматографии**. Наиболее полное отделение гистаминов от мешающих определению аминов и аминокислот достигается при ис-

пользовании двумерной хроматографии с применением двойного элюирования в системе растворителей этанол : аммиак (7:3). Для автоматического расчета результатов анализа в среде Delphi разработано программное обеспечение для персональных компьютеров, работающих под управлением операционной системы Windows (Бозина Т.В., Пиль Л.И., Походзей В.Ф. *Определение гистамина в рыбной продукции методом тонкослойной хроматографии* // ЖАХ. № 12. С. 1312-1315).

31. АНАЛИЗ СПЕЦИАЛЬНЫХ ОБЪЕКТОВ

(6, 10) Предложена приближенная модель экспрессного **концентрирования паров взрывча-**

тых веществ в ловушках из тонких металлических сеток, быстрого термодесорбционного извлечения паров из ловушки и ввода в **поликapиллярную хроматографическую колонку**. Представлены результаты экспериментального исследования дистанционного вихревого съема паров с поверхности обследуемого объекта в зависимости от отношения расстояния до обследуемой поверхности к диаметру вихревого потока, а также от характеристик воздушных потоков (Грузнов В.М., Филоненко В.Г., Шишмарев А.Т. *Отбор и ввод проб при скоростном газохроматографическом обнаружении паров органических веществ* // ЖАХ. № 11. С. 1134-1139).

* * * * *

Уважаемые коллеги!

НПО "Аналитика и контроль" предлагает сертифицированные методики выполнения измерений (МВИ):

1. Массовой концентрации сульфат-ионов в пробах природных и сточных вод нефелометрическим методом (диапазон измерений от 1,0 мг/дм³ до 20 мг/дм³ вкл.);
2. Массовых долей меди, хрома, цинка, никеля и свинца в пробах почв атомно-абсорбционным методом (диапазон измерений : Cu от 50 мг/дм³ до 1500 мг/дм³ вкл., Cr от 150 мг/дм³ до 550 мг/дм³ вкл., Zn от 100 мг/дм³ до 2000 мг/дм³ вкл., Ni от 20 мг/дм³ до 300 мг/дм³ вкл., Pb от 10 мг/дм³ до 1500 мг/дм³ вкл.);
3. Валового содержания кадмия и подвижных форм никеля, меди и цинка в пробах почв атомно-абсорбционным методом (диапазон измерений : Cu от 1.0 мг/дм³ до 350 мг/дм³ вкл., Zn от 10 мг/дм³ до 450 мг/дм³ вкл., Ni от 2.0 мг/дм³ до 15 мг/дм³ вкл., Cd от 0.2 мг/дм³ до 8.0 мг/дм³ вкл.);
4. Массовой концентрации нитрат-ионов в пробах природных и сточных вод потенциометрическим методом (диапазон измерений от 0,62 мг/дм³ до 620 мг/дм³ вкл.);
5. Массовой концентрации аммоний-ионов в пробах сточных вод фотометрическим методом (диапазон измерений: от 0,1 мг/дм³ до 100 мг/дм³ вкл.);
6. Массовых концентраций меди, хрома, марганца, никеля, цинка, кобальта и кадмия в пробах природных и сточных вод атомно-абсорбционным методом (диапазон измерений: Cu от 0.001 мг/дм³ до 0.01 мг/дм³ вкл., Cr от 0.0005 мг/дм³ до 0.01 мг/дм³ вкл., Mn от 0.001 мг/дм³ до 0.05 мг/дм³ вкл., Ni от 0.005 мг/дм³ до 0.05 мг/дм³ вкл., Zn от 0.001 мг/дм³ до 0.05 мг/дм³ вкл., Co от 0.005 мг/дм³ до 0.05 мг/дм³ вкл., Cd от 0.0005 мг/дм³ до 0.01 мг/дм³ вкл.);
7. Массовых концентраций никеля, меди, хрома, кобальта, свинца, магния, олова, калия, марганца, кадмия, железа и кальция в пробах сточных вод атомно-абсорбционным методом (диапазон измерений: Ni от 0.05 мг/дм³ до 50 мг/дм³ вкл., Cu от 0.05 мг/дм³ до 50 мг/дм³ вкл., Cr от 0.05 мг/дм³ до 50 мг/дм³ вкл., Co от 0.1 мг/дм³ до 50 мг/дм³ вкл., Pb от 0.5 мг/дм³ до 100 мг/дм³ вкл., Mg от 0.1 мг/дм³ до 100 мг/дм³ вкл., Sn от 1.0 мг/дм³ до 100 мг/дм³ вкл., Mn от 0.05 мг/дм³ до 10 мг/дм³ вкл., Cd от 0.05 мг/дм³ до 5.0 мг/дм³ вкл., Fe от 0.1 мг/дм³ до 100 мг/дм³ вкл., Ca от 5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ вкл., K от 5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ вкл.);
8. Массовой концентрации фторид-ионов в пробах сточных вод, поглотительных растворов и водно-спиртовых вытяжек с фильтров потенциометрическим методом (диапазон измерений от 0.019 мг/дм³ до 190 мг/дм³ вкл.).

Все методики аттестованы в соответствии с ГОСТ-8.563-96. Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов разработки МВИ.

По поводу приобретения методик обращаться по адресу:
Екатеринбург, 620078, п/о 78, а/я 308.
Тел: (3432) 75-45-05, 75-93-95